

DERWENT-ACC-NO: 1996-050361

DERWENT-WEEK: 199606

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Method for sepg. a first liq. from a
second liq. - by adding a solvent in which one of the
liqs. is soluble and the other is insoluble and sepg.
solvent contg. the dissolved first liq. from the second
liq.

INVENTOR: HANEK, M; WACK, O K

PATENT-ASSIGNEE: WACK CHEM GMBH O K[WACKN]

PRIORITY-DATA: 1994DE-4421954 (June 23, 1994)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PAGES	PUB-DATE	
LANGUAGE		MAIN-IPC	
DE 4421954 A1		January 4, 1996	N/A
005	B01D 017/00		

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO
APPL-DATE		
DE 4421954A1	N/A	
1994DE-4421954	June 23, 1994	

INT-CL (IPC): B01D011/04, B01D017/00 , B01D057/00 ,
B08B003/10 ,
C23G005/032

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 4421954A

BASIC-ABSTRACT:

Process for separating a first liq. (I) from a second liq.
(II) comprises
adding a solvent (III) in which the (I) is soluble and the
(II) is insoluble;

subjecting the resulting mixt. of (III) contg. dissolved (I) and the (II) to a sepn. process that separates the (III) from the (II); recycling the (II); subjecting the (III) contg. dissolved (I) to a second sepn. process to recover (I); and recycling the separated (III) contg. some (I).

USE - Esp. for separating a mixt. in which (I) is a glycol ether mixt. and (II) is water, obt'd. e.g. in a process in which circuit boards are cleaned in a first tank contg. a glycol ether mixt. e.g. as described in EP587917 and then rinsed with water in a second tank, the wash water contg. entrained glycol ether mixt. then being treated to recover solvent which is returned to the cleaning tank and pure water that is returned to the washing stage.

ADVANTAGE - The process facilitates sepn. of two liqs. that are normally difficult to separate, and esp. provides a closed system for cleaning and rinsing of circuit boards.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.1/1

TITLE-TERMS: METHOD SEPARATE FIRST LIQUID SECOND LIQUID ADD
SOLVENT ONE SOLUBLE
INSOLUBLE SEPARATE SOLVENT CONTAIN DISSOLVE
FIRST LIQUID SECOND
LIQUID

DERWENT-CLASS: A97 J01 L03 M12 P43 V04 X24

CPI-CODES: A12-W11; J01-C01; L03-H04E9; M12-A03; M12-B01;

EPI-CODES: V04-R03C; V04-V09; X24-A09;

ENHANCED-POLYMER-INDEXING:

Polymer Index [1.1]

018 ; P1445*R F81 Si 4A ; P1456 P1445 F81 F86 D01 D11
D50 D82 Si

4A ; S9999 S1376

Polymer Index [1.2]

018 ; ND01 ; Q9999 Q7647 ; Q9999 Q6973 Q6939 ; Q9999

Q7454 Q7330

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1996-016503

Non-CPI Secondary Accession Numbers: N1996-042219



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Off nlegungsschrift
⑩ DE 44 21 954 A 1

⑤1 Int. Cl.⁸:
B 01 D 17/00
B 01 D 57/00
B 08 B 3/10
C 23 G 5/032
B 01 D 11/04

②1 Aktenzeichen: P 44 21 954.7
②2 Anmeldetag: 23. 6. 94
④3 Offenlegungstag: 4. 1. 96

DE 44 21 954 A 1

⑦1 Anmelder:
Dr. O.K. Wack Chemie GmbH, 85053 Ingolstadt, DE

⑦2 Erfinder:
Wack, Oskar K., Dr., 85053 Ingolstadt, DE; Hanek,
Martin, Dr., 85053 Ingolstadt, DE

⑥8 Für die Beurteilung der Patentfähigkeit
in Betracht zu ziehende Druckschriften:
FR 22 11 546
ISOOKA, Y.;
et.al.: Recovery and Reuse of Organic Solvent
Solutions. In: Metal Finishing, June 1984, S.113-118;
Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie,
Verlag Chemie, Weinheim, Bd.2, 4. Aufl., 1972,
S.546-552;

⑥4 Verfahren zum Abtrennen einer ersten Flüssigkeit von einer zweiten Flüssigkeit, sowie Vorrichtung hierfür

⑤7 Es wird ein Verfahren und eine dafür geeignete Vorrichtung beschrieben, um zwei Flüssigkeiten voneinander zu trennen. Dazu wird ein Lösungsmittel eingesetzt, in dem die eine der beiden Flüssigkeiten löslich und die andere unlöslich ist. Dadurch wird die Trennung vereinfacht, und in eine zweiten Stufe werden Lösungsmittel und gelöster Anteil getrennt.

DE 44 21 954 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Abtrennen einer ersten Flüssigkeit von einer zweiten Flüssigkeit, sowie eine Vorrichtung hierfür. Ferner wird eine Verwendung für das Verfahren beschrieben.

Aus dem deutschen Gebrauchsmuster G 93 05 637.0 ist eine Einrichtung bekannt, in der Leiterplatten in einem ersten Tank in einem Glykoläthergemisch gereinigt werden und in einem zweiten Tank mit Wasser gespült werden. Das Spülwasser wird über Verdampfer aufbereitet, um die Glykoläthergemischreste aus dem Spülwasser zurückzugewinnen, damit diese dem ersten Tank zurückgegeben werden können und das gereinigte Wasser in den zweiten Tank zurückgeführt werden kann.

In der Praxis hat sich jedoch die Trennung der beiden Flüssigkeiten als schwer beherrschbar erwiesen.

Aufgabe der Erfindung ist es, die Trennung von Flüssigkeiten zu erleichtern.

Die Aufgabe wird gelöst durch den Hauptanspruch. Ferner wird eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens sowie eine Verwendungsmöglichkeit des Verfahrens angegeben.

Erfindungsgemäß ist vorgesehen, daß das zu trennende Flüssigkeitgemisch in einen Behälter mit Lösungsmittel eingebracht wird. Das Lösungsmittel wird so gewählt, daß die eine der Flüssigkeiten gut lösbar ist, während die andere oder die anderen Flüssigkeiten nur schwer oder so gut wie gar nicht lösbar sind.

Dadurch wird es einer der nächsten Stufe ohne Schwierigkeiten möglich, die nicht löslichen Flüssigkeiten von dem Lösungsmittel, das zugleich Träger der ersten Flüssigkeit ist, zu trennen.

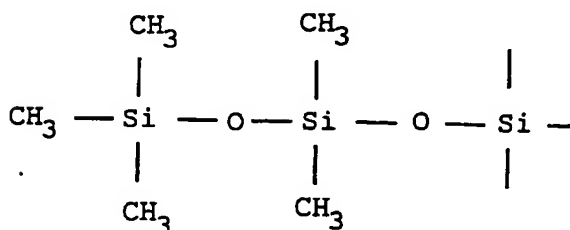
Die nicht gelösten Flüssigkeiten können dann zurückgeführt werden.

In einer weiteren Stufe werden nun Lösungsmittel und die in Lösung übergegangene Flüssigkeit voneinander gelöst. Dies kann mit Hilfe bekannter Techniken wie Destillation, Verdampfung, Vakuumverdampfung oder Mikrofiltration geschehen.

Das Lösungsmittel selbst wird in seinen Behälter zurückgeführt, die rückgewonnene erste Flüssigkeit in ihren ursprünglichen Tank.

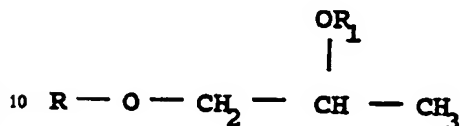
Eine Ausführung des Verfahrens sieht vor, daß als erste Flüssigkeit ein Glykoläthergemisch verwendet wird, die einzelnen Bestandteile des Gemisches sind in etwa gleich gut lösbar in demselben Lösungsmittel. Die zweite Flüssigkeit ist Wasser. Es kann jedoch auch umgekehrt ein Lösungsmittel verwendet werden, in dem Wasser sich gut löst, während das Glykoläthergemisch nicht lösbar ist.

Geeignete Lösungsmittel können sein: Siliconöle oder Dimethylpolysiloxane, vorzugsweise mit einem Viskositätsbereich von 0,5 mm²S bis 150 mm²S der allgemeinen Formel



weitere geeignete Lösungsmittel wären technische und medizinische Weißöle, charakterisiert durch die Farbe nach ASTM Saybolt > +10.

Auch Propylenglykoether der Formel



wobei R ein C₆H₅-Ring oder eine Alkylkette mit vier bis zehn Kohlenstoffatomen sein kann und R₁ ein Wasserstoffatom, eine CH₃-Gruppe, eine C₂H₅-Gruppe oder ebenfalls eine Alkylkette mit vier bis zehn Kohlenstoffatomen sein kann.

Auch wasserunlösliche Kohlenwasserstoffe, und zwar reine, flüssige Kohlenwasserstoffe sowie halogenierte oder perfluorierte Kohlenwasserstoffe und Gemische aus diesen können geeignet sein.

Die beiden voneinander zu separierenden Flüssigkeiten können dabei ihrerseits wieder aus Gemischen bestehen. Gegebenenfalls, wenn mehr als zwei Flüssigkeiten voneinander getrennt werden sollen, ist es möglich, diesen Prozeß in mehreren Stufen hintereinander anzuwenden.

Eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens sieht vor, daß das zu trennende Flüssigkeitgemisch in einen Kontaktbehälter, der das Lösungsmittel enthält, eingebracht wird. Der Inhalt des Kontaktbehälters wird dann einem Separator, beispielsweise einem Dekantierer, zugeführt.

Der eine Teil des Gemisches, das im Separator getrennt wird, nämlich der nicht das Lösungsmittel enthaltende Teil, wird dem ursprünglichen Bad wieder zugeführt, der andere Teil, nämlich Lösungsmittel mit gelöster Flüssigkeit, wird einer Trennstation zugeführt, wo diese beiden Bestandteile voneinander getrennt werden. Übliche Verfahren dazu sind Verdampfung, Vakuumverdampfung oder Mikrofiltration. Das reine Lösungsmittel ohne gelöste Bestandteile geht dann zurück in den Kontaktbehälter, die vorher gelöste und jetzt wiedergewonnene Flüssigkeit in den anderen Ursprungstank. Sollte diese Flüssigkeit noch ein weiter aufzutrennendes Flüssigkeitgemisch sein, findet, unter Verwendung eines entsprechend ausgesuchten Lösungsmittels, der gleiche Vorgang nochmals statt, bis die gewünschten Endkomponenten erhalten wurden.

Eine bevorzugte Verwendung des Verfahrens ist die Reinigung von Leiterplatten insbesondere von Lötmittelrückständen. In einem Bad, das im wesentlichen aus einem Gemisch von Glykoläthern besteht, werden diese Platinen gereinigt und anschließend mit Wasser gespült. Um einen ökologisch nicht belastenden Prozeß zu erhalten, bei dem zudem die Ressourcen geschont werden, ist vorgesehen, daß Spülwasser nicht einfach in die Umwelt abzuführen, sondern das Wasser durch das erfindungsgemäße Verfahren wieder aufzubereiten. Dadurch kann das Spülwasser, frei von verschleppten Glykolätherresten, und das Glykoläthergemisch, frei von Spülwasserresten, zurückgewonnen und jeweils in ihre Bäder zurückgeführt werden.

Auch zum Trennen von Mischungen aus Alkoholen und Wasser läßt sich das beschriebene Verfahren vorteilhaft einsetzen.

Im folgenden wird die Erfindung in einer Ausführungsform anhand einer Figur, die die schematische

Kreisläufe aufzeigt, näher erläutert.

Als Beispiel dient dazu ein Bad von Glykoläthern 12, das in einem Tank 10 untergebracht ist. Ein Beispiel derartiger Glykoläther ist in der europäischen Patentanmeldung 0 587 917 beschrieben. In einem zweiten Tank 16 ist Wasser 18 vorgesehen, um die Glykoläther von den gereinigten Platinen abzuspielen. Mit dem Pfeil 14 ist angedeutet, daß die Platinen von dem Bad 12 in das Bad 18 gebracht werden.

Dabei kommt es zwangsläufig zur Verschleppung von Flüssigkeit aus dem Tank 10 in den Tank 16, so daß das Wasser 18 mit Glykoläthern 12 allmählich verunreinigt wird.

Zur Aufbereitung ist vorgesehen, daß über einen Abfluß 20 das Spülwasser in einen Kontaktbehälter 22 eingebracht wird, der ein Lösungsmittel 24 enthält, in dem ein Anteil des Gemisches, nämlich Wasser oder die Glykoläther, gut löslich ist, während der andere Teil des Gemisches unlöslich ist. Als Lösungsmittel 24 kann beispielsweise Silikonöl oder Kohlenwasserstoff eingesetzt werden, in dem Glykoläther gut gelöst werden können. Weitere geeignete Lösungsmittel wurden bereits oben erwähnt.

Über einen Abfluß 26 wird dann das Gemisch von Lösungsmittel mit einem gelösten Anteil und die andere, nicht lösliche Flüssigkeit in einen Separator 28 eingebracht, der beispielsweise ein Dekantierer sein kann. Wie mit den Pfeilen 46 angedeutet, wird danach die Flüssigkeit, in diesem Falle das Wasser, in einem ersten Behälter 30 gesammelt und über eine Rückführungsleitung 32 in den dafür vorgesehenen Tank 16 zurückgebracht.

Der zweite Behälter 34 dient zum Auffangen des Lösungsmittels mit den darin gelösten Anteilen. Um einen geschlossenen Kreislauf zu verwirklichen, ist es notwendig, diese beiden Bestandteile voneinander zu trennen, dazu wird das Lösungsmittel mit seinen Bestandteilen über eine Leitung 36 in eine Trennstation 38 gebracht. In der Zeichnung ist die Trennstation 38 als Mikrofiltrationsstation dargestellt, mit dem Bezugszeichen 40 ist schematisch der Mikrofilter dargestellt. Diese Membran läßt durch die Festlegung der Porenweite einen Bestandteil der Lösung, in diesem Fall die gelösten Anteile, also die Glykoläther, passieren, sie sammeln sich auf einer Seite und werden über die Rückführungsleitung 44 in den Tank 10 zurückgebracht. Als geeignet hat sich eine Keramikmembran mit einer Porenweite zwischen 0,005 und 0,1 µm, vorzugsweise 0,02 µm erwiesen.

Das Lösungsmittel, das die semipermeable Membran 40 nicht passiert, wird über eine Leitung 42, jetzt ohne die gelösten Bestandteile, in den Kontaktbehälter 24 zurückgeführt.

Vorteilhaft ist dabei, daß an das Trennvermögen der Trennstation 38 keine besonders hohen Anforderungen gestellt werden müssen, denn es ist für den Prozeß völlig unbedeutend, wenn das Lösungsmittel in der Trennstation 38 nicht völlig aufbereitet wird, sondern noch gelöste Anteile beibehält, da es ständig durch die Trennstation 38 geführt wird.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Abtrennen einer ersten Flüssigkeit von einer zweiten Flüssigkeit, indem man beide Flüssigkeiten einem Lösungsmittel zusetzt, wobei die erste Flüssigkeit sich in dem Lösungsmittel löst, die zweite Flüssigkeit jedoch unlöslich bzw. schwer löslich in dem Lösungsmittel ist,

das Gemisch bestehend aus dem Lösungsmittel mit gelöster erster Flüssigkeit und der zweiten Flüssigkeit einem Trennvorgang unterwirft, der das Lösungsmittel und die zweite Flüssigkeit voneinander separiert,

die abgetrennte zweite Flüssigkeit zurückführt, das Lösungsmittel mit der darin gelösten ersten Flüssigkeit einem zweiten Trennvorgang unterwirft zur Rückgewinnung der ersten Flüssigkeit, und die getrennten Bestandteile Lösungsmittel und erste Flüssigkeit zurückgeführt werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zumindest im zweiten Trennvorgang eine Mikrofiltration eingesetzt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die eine Flüssigkeit ein Glykoläthergemisch und die andere Flüssigkeit Wasser ist.

4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß als Lösungsmittel mindestens eine Verbindung ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Siliconölen, Dimethylpolysiloxanen, Weißölen, Propylenglykolether, halogenierten Kohlenwasserstoffen, perfluorierten Kohlenwasserstoffen und reinen Kohlenwasserstoffen genommen wird.

5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die erste und/oder die zweite Flüssigkeit wiederum aus Flüssigkeitsgemischen bestehen.

6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß gegebenenfalls mehrere Stufen hintereinandergeschaltet werden.

7. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 6, mit einem Kontaktbehälter (22), der ein Lösungsmittel (24) enthält, in das ein Gemisch aus zwei unterschiedlichen Flüssigkeiten eingeleitet wird, wobei nur die eine Flüssigkeit in Lösung in dem Lösungsmittel übergeht und die zweite Flüssigkeit in dem Lösungsmittel unlöslich ist,

einem Separator (28), in dem das Lösungsmittel mit der darin gelösten ersten Flüssigkeit von den anderen Flüssigkeiten getrennt wird,

einer Trennstation (38), in der das Lösungsmittel und die darin gelöste erste Flüssigkeit voneinander getrennt werden,

einer ersten Rückführung (32), mit der die zweite Flüssigkeit vom Separator zu einem zweiten Tank (16) zurückgeführt wird,

einer zweiten Rückführung (42), mit der das Lösungsmittel von der Trennstation (38) zum Kontaktbehälter (22) zurückgeführt wird, und

einer dritten Rückführung (44), mit der die erste Flüssigkeit von der Trennstation (38) zu einem ersten Tank (10) zurückgeführt wird.

8. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß der erste Tank (10) ein Gemisch von Glykoläthern enthält, in dem Teile gereinigt werden, und der zweite Tank (16) Wasser enthält, in dem die Teile nach der Reinigung abgespült werden.

9. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, daß als Separator ein Dekantierer (28) verwendet wird, um die beiden Flüssigkeiten voneinander zu trennen.

10. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 7 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß als Trennstation (38)

eine Mikrofiltrationseinrichtung (40) verwendet wird.

11. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 7 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß als Trennstation (38) ein Verdampfer, vorzugsweise ein Vakuumverdampfer, verwendet wird. 5

12. Verwendung des Verfahrens nach den Ansprüchen 1 bis 6 zur Präzisionsreinigung von Gegenständen in einem geschlossenen Kreislauf der Reinigungsmittel und Spülmittel, bei dem 10
die Gegenstände in dem ersten Tank (10) mit einem Gemisch im wesentlichen bestehend aus Glykoläthern gereinigt werden,

die Gegenstände im zweiten Tank (16) mit Wasser gereinigt werden, wobei Flüssigkeitsreste aus dem ersten Tank in den zweiten Tank verschleppt werden, 15

das Spülwasser über den Kontaktbehälter (22) und den Separator (28) gereinigt zurückgewonnen wird und in den zweiten Tank (16) zurückgeführt wird, 20
das im wesentlichen Glykoläther enthaltende Gemisch über Kontaktbehälter (22), Separator (28) und Trennstation (38) zurückgewonnen wird und in den ersten Tank (12) zurückgeführt wird.

13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß als zu reinigende Gegenstände Leiterplatten eingesetzt werden. 25

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

30

35

40

45

50

55

60

65

- Leerseite -

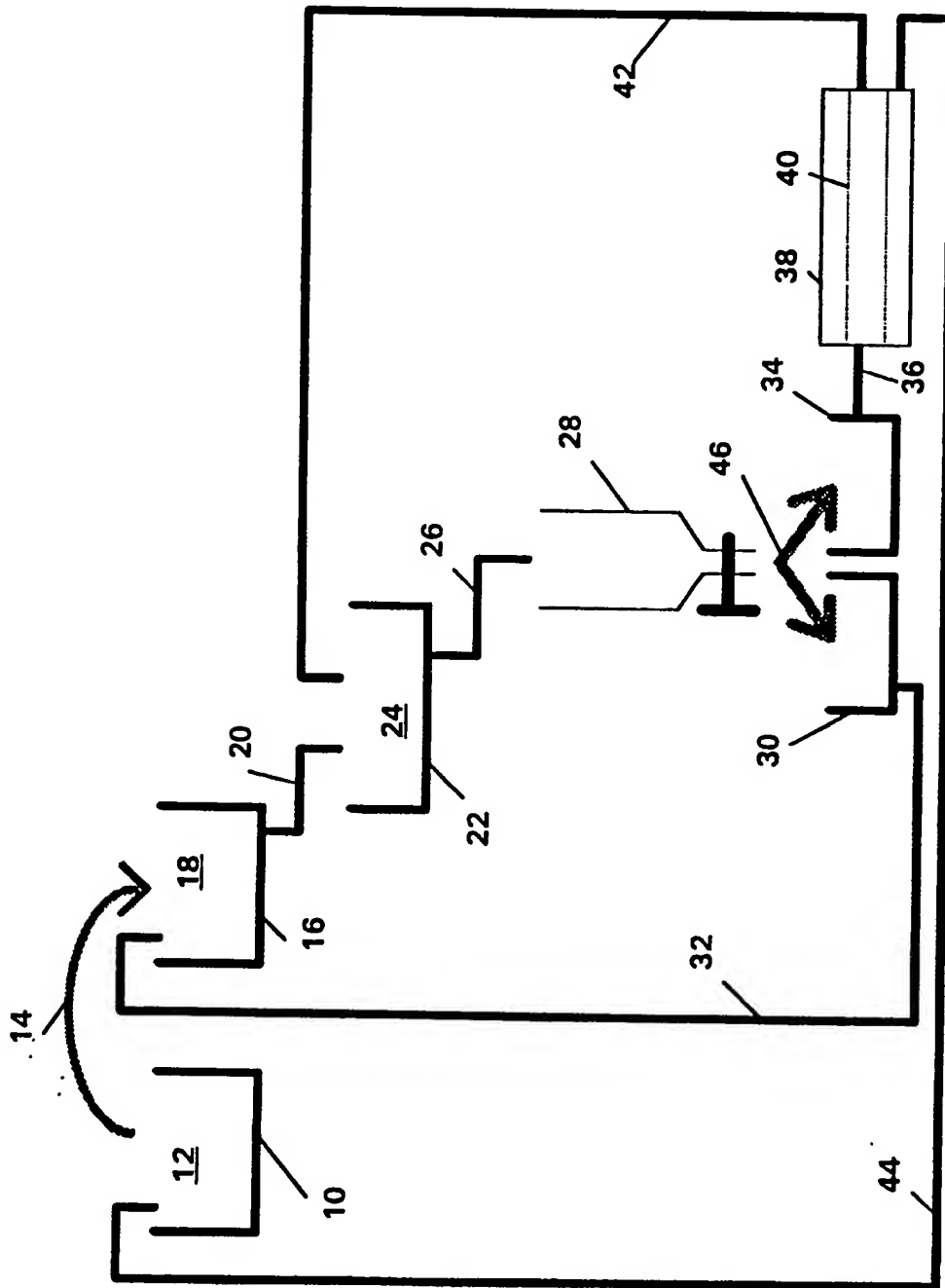


Fig. 1